

(translation)

Patent Number: 44-19016

Issue Date: August 18, 1969

Application Number: 41-46914

Application Date: July 19, 1966

Title of invention: **Method for manufacturing tungsten-copper complex**

What is claimed is:

1. A method for manufacturing a sintered body of powder of copper and tungsten having a good continuous phase of copper and a fine and uniform disperse phase of tungsten therein, comprising:

uniformly mixing tungsten oxide powder with an amount of copper oxide sufficient to provide a portion of the amount of copper required for a final product, simultaneously reducing and sintering the mixture, and melting and subsiding the other remaining portion of the amount of copper required for the final product as a metal form in the resulting uniform sintered body of tungsten-copper.

⑥日本分類
10 A 61
59 G 3
10 G 4
10 A 602
12 C 243

日本国特許序

⑩特許公報

⑪特許出願公告

昭44-19016

⑫公告 昭和44年(1969)8月18日

発明の数 1

(全4頁)

1

⑬タンクステン-銅複合体の製造法

⑭特願 昭41-46914

⑮出願 昭41(1966)7月19日

優先権主張 ⑯1965年7月23日⑰アメリカ
カ国⑮474448⑯発明者 ジェームス・シー・ケネイ
アメリカ合衆国インディアナ州イ
ンディアナポリス・ガイルフォー
ド・アベニュー5681同 ジエイ・リチャード・ローレンス
アメリカ合衆国インディアナ州イ
ンディアナポリス・オーク・アベ
ニュー5840⑰出願人 ピー・アール・マロリー・アンド・カ
ンパニー・インコーポレーテッド
アメリカ合衆国インディアナ州4
6206・インディアナポリス・
イースト・ワシントン・ストリー
ト3029代表者 ポール・エム・デイ・ハーリン
ン

代理人 弁理士 湯浅恭三 外2名

発明の詳細な説明

この発明は高密度タンクステン合金、とくにすぐれた物理的性質をもつタンクステン合金にして公知の複合体よりもすぐれた性質をもつ複合体の製造法に関するものである。

銅-タンクステン複合体は長年にわたり溶接用電極やしや断器の接点に使用されてきた。最近においてロケットのノズルや放電加工電極として使用されるようになつた。

上記複合体は従来ほとんどタンクステン粉末を成型、焼結し、焼結体に銅粉末を浸透(溶浸)させて製造された。

40~80%のタンクステンと60~20%の銅の範囲の複合体は、従来、定量のタンクステン

2

またはタンクステンと銅に結合材を加え、または加えずして一定密度にプレスし、保護ふん囲気中で加熱してタンクステン粒子を焼結させ、ついで銅の融点1083°C以上で銅を添加して保護ふん囲気中で再加熱し、銅を融解させ、焼結体の気孔の中に浸入させて製造したのである。しかしながら得られた複合体には、いくつかの欠点がある。すなわち、比較的粗粒の銅粉末たとえば10ミクロン台またはそれ以上のものを使用する必要がある。細かい銅粉末では酸化し易く、高品質のものを得るために付加的な炉作業を必要とする。従つて銅に富む区域とタンクステンに富む区域が現れ又多孔質部分が出来るという不均質な組織となり、可能で望ましい強さ、電気的性質および一般物理的特性よりも貧弱なものとなる。

上記により、この発明の目的は、タンクステン基複合体の改善にある。

この発明の目的は高密度のタンクステン基複合体の新しい工業的製造方法を提供するにある。

さらにまた、この発明の目的は、従来の製造された銅-タンクステン複合体よりも密度、かたさ、伝導度、引張り強さ、破断強さ、降伏点、比例限度、弾性係数、および伸び等の特性がすぐれた銅-タンクステン複合体を提供するにある。

なお、この発明の目的は従来製造された銅-タンクステン複合体よりも組織的に均一な銅-タンクステン複合体を提供するにある。

この発明の他の目的とその性質は、下記の実施態様の総括と関連した以下の記述考察によって明らかになるであろう。

一般的にいえば、この発明の方法は、低級酸化タンクステンと最終製品として要求される銅含量の一部分を提供する量の低級酸化銅を一定割合で配合し、配合した酸化物を水素ふん囲気の適当な炉中で750°Cから1025°Cで還元し、予定した平均粒度のものを作成する。金属酸化物を水素ふん囲気中で還元する時、生成する水分の影響で粒子の成長が起ることが、知られている。この意味で

水分の生成を少くする意味において、最も低級な酸化物 $W_5 O_{11}$ と $Cu_2 O$ を使用することが望ましいのである。得られる銅—タングステン混合物の粒度は温度還元ふん囲気の流速および還元時間により選択的に定めることができるがこれは公知技術に属する。

ついで上述の公知に方法により、成型、焼結し最終製品に必要とされる銅の量の残部を溶浸せしめるのである。

焼結にあたつて、還元された粉末混合物に必要である場合には有機結合剤や潤滑剤を添加することができます。

最後仕上りの銅—タングステンの割合は、はじめの混合物%によつてきまるだけでなく、成型圧と成型体密度によつてもきめられる。成型体の密度が今度は溶浸時の添加銅の量を決定する。

最終製品として 20 ~ 60 重量%の範囲の銅を含むものを得るために、1から25重量%の酸化銅 ($Cu_2 O$) と 75から99重量%の酸化タングステン ($W_5 O_{11}$) を同時還元し、出来た銅—タングステン粉末を標準のプレス—焼結の技術により焼結体に製造する。ついで銅の残量を金属銅の形で溶浸せしめる。かくして得られる複合体組織は、いくつかの有利な特長を有する。単に同時還元した銅とタングステンの混合粉末の焼結によつて得られるものよりも均質な組織が得られる。

従来、銅とタングステンの金属粉末から出発して製造されていたが、この方法では、銅とタングステンの比重の差が大きいために両者は均質に混合しにくく、銅に富む部分とタングステンに富む部分を生ずることが避けられず、金属粉末には多少とも酸化物皮膜が生成しているために完全にして満足な焼結は困難であつた。

然し本発明の方法によれば、酸化物における銅*

*とタングステンの比重の差は金属におけるよりも小であり、且つ酸化物は多少とも多孔性であるために混合は金属の場合よりもはるかに容易であり、同時還元によつて生ずる新鮮な元素態の銅とタングステンは容易に附着して緻密な焼結の効果を表わすのである。

かくて銅に富んだ区域は完全に除かれることはないが、充分に小さなものとなり無視出来る程度になる。製品の組織において平均タングステン粒度と粒度範囲はともに小さくなる。タングステン粒度とその分布範囲が小さいと、プレス加工において面倒がおこるため従来の粉末混合物では実施不能な特徴である。

さらに予め銅を含んでいる焼結体に銅を溶浸するので、銅の溶浸は完全に進行し、密度、銅連続相の形成等において優れた性質をもつた製品が得られる。

この発明による複合体は伝導度とかたさがすぐれているため溶接電極として優秀なものとなる。伝導性、かたさ、強さおよび組織の均一性がすぐれているので長時間の摩耗に耐え、電気接点としての成績がよい。上記のすぐれた利点によりロケットノズルとしてもすぐれた成績を示す。

第 I 表は、90重量%のタングステンと 10 重量%の銅の同時還元混合物から作った 56 重量% のタングステンと 44 重量% の銅からなるこの発明の方法による複合物の平均値を従来の粉末混合物から作った 56 重量% タングステンと 44 重量% 銅の複合体の値と比較して説明したものである。第 II 表は、90重量%タングステンと 10 重量%銅の同時還元粉末混合物から作った 68 重量% タングステンと 32 重量%銅の複合物と 90 重量% タングステンと 10 重量%銅の従来の混合物から作った 68 重量% タングステンと 32 重量% 銅の複合物の比較である。

第 I 表

性 質	56%W—44%C u (本発明による製品)	56%W—44%C u (従来の方法による製品)
密 度	12, 580 g/cc	12, 558 g/cc
かたさ、ロックウェルB	78.8	73.3
伝導度%、I. A. C. S.	60.5	60.2
引 張 り 強 さ	4, 921.7 kg/cm ² (68, 200 psi)	4, 429.5 kg/cm ² (63, 000 psi)

5

降伏点	10, 282.44 kg/cm ² (146, 250 psi)
伸び	10.0%

6

降伏点	8, 437.0 kg/cm ² (120, 000 psi)
伸び	4.8%

第二表

性質	68%W-32%Cu (本発明による製品)	68%W-32%Cu (従来の方法による製品)
密度	13, 890 g/cc	13, 640 g/cc
かたさ、ロックウェルB	90.9	83.2
伝導度%、I.A.C.S.	51	45
引張り強さ	9, 913.0 kg/cm ² (141, 000 psi)	5, 625.0 kg/cm ² (80000 psi)
降伏点	12, 391.44 kg/cm ² (176.250 psi)	9, 140 kg/cm ² (130, 000 psi)
伸び	3.4%	2.6%

これら表によれば、この発明によつて製造されたタングステン-銅複合体の密度と伝導度は、従来の粉末混合物から作ったもののそれに比しわざかに大きいに過ぎないが、特に銅の量が少い場合に引張り強さ、耐力、および伸びは相当に大きいのである。

タングステン-銅複合体を作る一つの目的は、高温と高い応力にさらされ、または反覆する電気的接触を行うとき摩耗を耐える極めて硬い材料を得にあり、同時に環元粉末混合物から作った複合物は従来の粉末混合物から作ったものよりはるかにすぐれたものである。

この発明を完全に理解するため、この発明による代表的なタングステン-銅複合体の製作方法を説明する実施例を示す。

実施例

9.5重量%タングステン-5重量%銅粉末混合物を製造するため、9.5.5重量%の青色酸化タングステンと4.5重量%の酸化銅を配合し、2~6時間混合して完全に均質なものにする。配合した酸化物は400g宛の装入物にして各還元ポート当り15分間の装入速度で950°Cから1025°Cで還元する。ついで粉末を粉碎し、150メッシュのふるいを過し、混合してスコットの見掛け密度が2.44~3.05 g/cm³ (40~50 g/in³) のロットを作る。ついで前述した公知の方法により成型、焼結および銅の残部を溶浸する処理を行う。

以上、この発明を好ましい具体例と関連して開示したのであるが、この技術に熟練した人達によ

り、この発明の範囲から逸脱することなく変更と改良を行うことができる。

本発明者等は、これらの変更と改良が上記の明細書に開示され、添付した特許請求の範囲に規定されたこの発明の精神と範囲内にあるものと考える。

つぎにこの発明の好適実施態様に総括的に記せば、75~99重量%の亜酸化タングステン(W₅O₁₁)と1~25重量%の酸化銅(Cu₂O)の粉末を一定の割合で配合し、配合した酸化物を水素ふん囲気中で一時間から二時間、750°Cから1025°Cで同時還元し、これにより予め選定した粒度のものを作り、この際この粒度は温度、流速および時間によって調節されるものであり、上記同時還元した配合酸化物混合物を押固め、焼結し、更に銅によつて溶浸してタングステン-銅複合体を作り、この複合体は実質的に銅の不均一分散がなく、また実質的に均質なものとする諸段階からなる銅-タングステン複合成型体の製造方法。

特許請求の範囲

1 亜酸化タングステン粉末と、最終製品に必要とされる銅の量の一部を供与するに足る量の亜酸化銅を均一に混合しておいて、同時還元し、焼結し、かくして得られたタングステン-銅の均一な焼結体に、最終製品に必要な銅の量の残部を金属の形で溶浸することを特徴とする、その内部で良好な銅の連続相と微細均一なタングステンの分散相を有する銅とタングステンの粉末焼結体の製造方法。

45

7

引用文献

特 公 昭31-9952
特 許 182664

8

金属粉の生成 粉末冶金技術講座3 263p
日刊工業新聞社発行(昭39年)